

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

28.02.03

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出 願 年 月 日

Date of Application:

2002年 3月20日

出 願 番 号

Application Number:

特願2002-079374

[ST.10/C]:

[JP2002-079374]

出 願 人

Applicant(s):

大阪瓦斯株式会社

REC'D 21 MAR 2003

WIPO

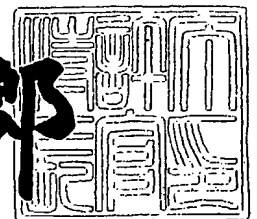
PCT

PRIORITY DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH
RULE 17.1(a) OR (b)

2003年 2月14日

特 許 庁 長 官
Commissioner,
Japan Patent Office

太田 信一郎



出証番号 出証特2003-3007686

BEST AVAILABLE COPY

【書類名】 特許願

【整理番号】 P020039

【提出日】 平成14年 3月20日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 D01F 9/14

【発明者】

 【住所又は居所】 大阪府中央区平野町四丁目1番2号 大阪瓦斯株式会社
 内

 【氏名】 町野 史和

【特許出願人】

 【識別番号】 000000284

 【氏名又は名称】 大阪瓦斯株式会社

【代理人】

 【識別番号】 100090686

 【弁理士】

 【氏名又は名称】 鎌田 充生

 【電話番号】 06-6361-6937

【手数料の表示】

 【予納台帳番号】 009829

 【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

 【物件名】 明細書 1

 【物件名】 要約書 1

 【包括委任状番号】 0013226

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 炭素繊維フェルト及び断熱材

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 炭素繊維集合体と、この集合体の炭素繊維を接合するためのバインダー樹脂とで構成されているフェルトであって、耐火剤を含有する炭素繊維フェルト。

【請求項 2】 耐火剤が、リン含有化合物、ホウ素含有化合物及びケイ素含有化合物から選択された少なくとも一種で構成されている請求項 1 記載のフェルト。

【請求項 3】 耐火剤の割合が、炭素繊維 1 0 0 重量部に対して 0. 1 ～ 1 0 重量部である請求項 1 記載のフェルト。

【請求項 4】 バインダー樹脂の割合が炭素繊維 1 0 0 重量部に対して 1 ～ 5 0 重量部であり、かつ耐火剤の割合がバインダー樹脂 1 0 0 重量部に対して 1 ～ 5 0 重量部である請求項 1 記載のフェルト。

【請求項 5】 バインダー樹脂が耐火剤を含む請求項 1 記載のフェルト。

【請求項 6】 炭素繊維が極細の炭素繊維で構成されている請求項 1 記載のフェルト。

【請求項 7】 炭素繊維がピッチ系炭素繊維で構成されている請求項 1 記載のフェルト。

【請求項 8】 炭素繊維が異方性炭素繊維で構成されている請求項 1 記載のフェルト。

【請求項 9】 炭素繊維ウェブと、このウェブの炭素繊維を接合するための熱硬化性樹脂とで構成されたフェルトであって、炭素繊維が、平均繊維径 0. 5 ～ 5 μ m、平均繊維長 1 ～ 1 5 mm の異方性ピッチ系炭素繊維で構成されるとともに、リン酸エステル類、ホウ酸類及びシリコン化合物から選択された少なくとも一種の耐火剤を、炭素繊維 1 0 0 重量部に対して 0. 3 ～ 1 0 重量部の割合で含有する炭素繊維フェルト。

【請求項 1 0】 請求項 1 記載のフェルトで形成された断熱材。

【請求項 1 1】 バインダー樹脂で炭素繊維集合体を接合して炭素繊維フェ

ルトを製造する方法であって、耐火剤の存在下で炭素繊維集合体をバインダー樹脂で接合する炭素繊維フェルトの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、耐火性に優れた炭素繊維フェルトとその製造方法及び前記フェルトで形成された断熱材に関する。

【0002】

【従来の技術】

炭素繊維は、耐熱性、機械的強度、耐久性などに優れるため、様々な用途に用いられ、例えば、各種の補強材や断熱材などとして使用されている。中でも、炭素繊維は、高温に対する耐性が高いだけでなく、温度遮断性にも優れるため、断熱材として広く使用されている。断熱材としては、例えば、半導体や機能性セラミックスなどの分野において、真空炉、半導体単結晶成長炉、セラミックス焼結炉、C/Cコンポジット焼成炉などの高温処理炉の断熱材用充填材として使用されている。

【0003】

特開平2-227244号公報には、複数層の炭素繊維製フェルトが、炭化物や黒鉛化物で接合された成形断熱材であって、各層を形成する炭素繊維製フェルトの嵩密度が、接合面と直角な方向に嵩密度が段階的に減少している成形断熱材が開示されている。また、特開平2-258245号公報には、炭素繊維フェルトが渦巻状に巻回積層され、前記炭素繊維フェルトが積層層間に存在する樹脂の炭化物で一体化され、炭素繊維フェルト層が波打つことなく円周方向に連続して積層されている成形断熱材が開示されている。しかし、これらの断熱材においても、高熱に対する耐性、特に耐火性は充分ではない。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】

従って、本発明の目的は、耐火性の高い炭素繊維フェルトとその製造方法、及び断熱材を提供することにある。

【 0 0 0 5 】

本発明の他の目的は、バインダー樹脂の特性を低下させることなく、高い耐火性を有する炭素繊維フェルトとその製造方法、及び断熱材を提供することにある。

【 0 0 0 6 】

本発明のさらに他の目的は、簡便かつ有効に炭素繊維フェルトの耐火性を改善できる方法を提供することにある。

【 0 0 0 7 】

【課題を解決するための手段】

本発明者らは、前記課題を解決するため鋭意検討を重ねた結果、耐火剤を含有させることにより、耐火性の高い炭素繊維フェルトが得られることを見出し、本発明を完成した。

【 0 0 0 8 】

すなわち、本発明の炭素繊維フェルトは、炭素繊維集合体と、この集合体の炭素繊維を接合するためのバインダー樹脂とで構成されているフェルトであって、耐火剤を含有する。前記耐火剤は、リン含有化合物、ホウ素含有化合物、ケイ素含有化合物などで構成されていてもよい。前記耐火剤の割合は、炭素繊維 1 0 0 重量部に対して、0. 1 ~ 1 0 重量部（特に 0. 3 ~ 1 0 重量部）程度である。前記バインダー樹脂は、耐火剤を含んでいてもよい。前記炭素繊維は、極細の炭素繊維で構成されていてもよい。前記炭素繊維は、ピッチ系炭素繊維で構成されていてもよい。前記炭素繊維は、異方性炭素繊維で構成されていてもよい。前記バインダー樹脂は熱硬化性樹脂で構成されていてもよい。

【 0 0 0 9 】

本発明には、前記フェルトで形成された断熱材も含まれる。また、本発明には、バインダー樹脂で炭素繊維集合体を接合して炭素繊維フェルトを製造する方法であって、耐火剤の存在下で炭素繊維集合体をバインダー樹脂で接合する炭素繊維フェルトの製造方法も含まれる。

【 0 0 1 0 】

【発明の実施の形態】

本発明の炭素繊維フェルトは、バインダー樹脂で接合された綿状炭素繊維集合体であって、耐火剤を含有している。炭素繊維集合体は、通常、炭素繊維がランダムに絡み合ったウェブである。

【 0 0 1 1 】

〔炭素繊維〕

炭素繊維としては、例えば、ピッチ系炭素繊維、ポリアクリロニトリル（PAN）系炭素繊維、フェノール樹脂系炭素繊維、再生セルロース系炭素繊維（例えばレーヨン系炭素繊維、ポリノジック系炭素繊維等）、セルロース系炭素繊維、ポリビニルアルコール系炭素繊維等が例示できる。炭素繊維は、活性炭素繊維であってもよい。これらの炭素繊維は、単独で又は二種以上組合わせて使用できる。

【 0 0 1 2 】

本発明では、これらの炭素繊維の中でも、ピッチから得られた炭素繊維（ピッチ系炭素繊維）を用いるのが好ましい。ピッチ系繊維は、慣用のピッチを溶融紡糸することにより得ることができ、ピッチとしては、石油系又は石炭系ピッチ等が使用できる。

【 0 0 1 3 】

ピッチ系炭素繊維は、例えば、ピッチ系繊維を生成させるための紡糸工程、ピッチ系繊維の融着を防止するための不融化又は耐炎化工程、及び不融化又は耐炎化処理されたピッチ系繊維を炭化処理する焼成工程を経て製造することができる。これらの工程は、非連続的に行ってもよいし、連続的に行ってもよい。

【 0 0 1 4 】

紡糸工程では、慣用の紡糸方法が使用でき、例えば、加熱溶融したピッチを紡糸ノズルから吐出させるとともに、紡糸ノズルの周囲から加熱ガスを噴出させるメルトブロー法を用いることができる。

【 0 0 1 5 】

不融化又は耐炎化工程では、例えば、不融化炉において、150～350℃、好ましくは160～340℃程度の酸化性気体（例えば、空気）を供給して加熱することができる。

【0016】

焼成工程では、例えば、焼成炉において、不活性雰囲気又は真空下、400～4000℃、好ましくは500～3000℃、さらに好ましくは700～2500℃程度で加熱する方法を使用できる。焼成工程では、温度2000～4000℃（好ましくは2300～3300℃）程度で黒鉛化（グラファイト化）してもよい。

【0017】

炭素繊維を形成するための炭素前駆体（例えば、ピッチ）は、等方性前駆体（例えば、等方性ピッチなど）であってもよく、異方性前駆体（例えば、異方性ピッチなど）であってもよいが、耐火性の点から、異方性前駆体（特に異方性ピッチ）が好ましい。異方性ピッチとしては、例えば、縮合多環式炭化水素（例えば、ナフタレン、アントラセン、フェナントレン、アセナフテン、アセナフチレン、ピレン等）を重合して得られた異方性ピッチなどが挙げられる。従って、炭素繊維としては、耐火性の点から、異方性炭素繊維が特に好ましい。

【0018】

炭素繊維の平均繊維径は、例えば、0.3～20 μm 、好ましくは0.5～10 μm 、さらに好ましくは0.5～5 μm （特に0.5～3 μm ）程度である。炭素繊維は、耐火性の点からは、0.5～5 μm （例えば、1～3 μm 、特に1～2 μm ）程度の極細炭素繊維であるのが好ましい。繊維径は、例えば、紡糸ノズル径を制御することにより調整できる。極細繊維は、例えば、紡糸ノズルの吐出口の直径を0.2～0.5 mm程度とし、加熱溶融温度や吐出速度、加熱ガスの温度や噴出速度を調整することにより得られる。

【0019】

炭素繊維の平均繊維長は、例えば、0.5～20 mm、好ましくは1～15 mm、さらに好ましくは3～12 mm程度である。なお、短繊維で構成された極細炭素繊維は、通常、マット状の形態であり、不融化又は耐炎、炭化処理で絡まって、綿状繊維集合体となる場合が多い。

【0020】

炭素繊維は、無機繊維（例えば、ガラス繊維、アルミノケイ酸繊維、酸化アル

ミニウム繊維、炭化ケイ素繊維、ホウ素繊維、金属繊維等)などの耐火性の高い他の繊維を含んでいてもよい。他の繊維の割合は、炭素繊維 1 0 0 重量部に対して、3 0 重量部以下、好ましくは 1 0 重量部以下程度である。

【 0 0 2 1 】

〔バインダー樹脂〕

バインダー樹脂としては、熱可塑性樹脂（例えば、ビニル系樹脂、アクリル系樹脂、スチレン系樹脂、ポリエステル系樹脂、熱可塑性ポリウレタン系樹脂、ポリアミド系樹脂等）、熱硬化性樹脂等（例えば、ポリウレタン系樹脂、不飽和ポリエステル系樹脂、フェノール系樹脂等）が使用できる。これらのバインダー樹脂のうち、熱硬化性樹脂が好ましく使用できる。

【 0 0 2 2 】

熱硬化性樹脂としては、フェノール系樹脂（レゾール型、ノボラック型フェノール樹脂等）、ポリイミド系樹脂（ポリエーテルイミド、ポリアミドイミド、ポリアミノビスマレイミドなど）、アミノ系樹脂（尿素樹脂、メラミン樹脂など）、フラン樹脂、ポリウレタン系樹脂、エポキシ樹脂（ビスフェノール A 型エポキシ樹脂など）、不飽和ポリエステル系樹脂、ジアルキルフタレート樹脂、ビニルエステル樹脂、熱硬化性アクリル系樹脂、シリコン系樹脂などが例示できる。熱硬化性樹脂には、慣用の硬化剤を使用してもよい。これらの熱硬化性樹脂のうち、耐火性の点から、フェノール系樹脂、ポリイミド系樹脂、シリコン系樹脂など、特に、フェノール系樹脂が好ましい。

【 0 0 2 3 】

これらのバインダー樹脂は、単独で又は二種以上組み合わせて使用できる。バインダー樹脂の割合は、炭素繊維 1 0 0 重量部に対して、1 ~ 5 0 重量部、好ましくは 3 ~ 4 0 重量部、さらに好ましくは 5 ~ 3 0 重量部程度である。

【 0 0 2 4 】

〔耐火剤〕

耐火剤としては、慣用の難燃剤などが使用でき、特に限定されないが、例えば、リン含有化合物、ホウ素含有化合物、ケイ素含有化合物などが例示できる。

【 0 0 2 5 】

リン含有化合物としては、例えば、リン酸エステル類〔脂肪族リン酸エステル（トリメチルホスフェート、トリエチルホスフェート、トリプロピルホスフェート、トリブチルホスフェートなどのトリC₁₋₁₀アルキルホスフェートなど）、芳香族リン酸エステル（トリフェニルホスフェート、トリクレジルホスフェート、クレジルジフェニルホスフェート、トリキシレニルホスフェートなどのトリC₆₋₂₀アリールホスフェート）、芳香族縮合リン酸エステル（レゾルシノールビス（ジフェニルホスフェート）、ハイドロキノビス（ジフェニルホスフェート）、ビスフェノールAビス（ジフェニルホスフェート）などのビスホスフェートや、これらのビスホスフェートに対応するポリホスフェートなど）など〕、亜リン酸エステル類〔脂肪族ホスファイト（トリメチルホスファイトなどのC₁₋₁₀アルキルホスファイトなど）、芳香族ホスファイト（トリフェニルホスファイトなどのトリC₆₋₂₀アリールホスファイトなど）など〕、ホスフォネート類（メチルネオペンチルフォスフォネートなど）、ホスフィンオキシド類（トリフェニルホスフィンオキシドなど）、ホスホン酸エステル類（メタンホスホン酸ジフェニルなど）、無機リン化合物（例えば、赤リンや、リン酸、亜リン酸、次亜リン酸、ポリリン酸又はこれらの金属塩）などが例示できる。

【0026】

これらのリン含有化合物のうち、リン酸エステル類、特に芳香族（縮合）リン酸エステル類が好ましい。これらのリン含有化合物は、単独で又は二種以上組み合わせて使用できる。

【0027】

ホウ素含有化合物としては、例えば、ホウ酸類〔ホウ酸（オルトホウ酸、メタホウ酸など）、縮合ホウ酸（ピロホウ酸、四ホウ酸、五ホウ酸、八ホウ酸など）、又はこれらの金属塩など〕や、ボラン類（トリメチルボラン、メチルジボラン、トリメチルジボランなどのアルキルボランや、トリフェニルボランなどのアリールボランなど）などが例示できる。

【0028】

これらのホウ素含有化合物のうち、ホウ酸類、特にホウ酸又はその金属塩が好ましい。これらのホウ素含有化合物は、単独で又は二種以上組み合わせて使用で

きる。

【 0 0 2 9 】

ケイ素含有化合物としては、例えば、オルガノシロキサン類〔オルガノシロキサン（ジメチルシロキサンなどのジC₁₋₁₀アルキルシロキサン、メチルフェニルシロキサンなどのC₁₋₁₀アルキルC₆₋₂₀アリールシロキサン、ジフェニルシロキサンなどのジC₆₋₂₀アリールシロキサンなど）、ポリオルガノシロキサン（ポリジメチルシロキサンなどのポリジC₁₋₁₀アルキルシロキサン、ポリフェニルメチルシロキサンなどのポリC₆₋₂₀アリールC₁₋₁₀アルキルシロキサン、ポリジフェニルシロキサンなどのポリジC₆₋₂₀アリールシロキサン）など〕や、シラン類〔シラン化合物（ジメチルシラン、トリメチルシラン、テトラメチルシランなどのモノ乃至テトラC₁₋₁₀アルキルシラン化合物、トリフェニルシランやテトラフェニルシランなどのモノ乃至テトラC₆₋₂₀アリールシラン化合物、クロロトリフェニルシラン、ジクロロジフェニルシラン、ジクロロメチルフェニルシランなどのハロシラン化合物など）、ポリシラン化合物（ポリジメチルシランなどのポリジC₁₋₁₀アルキルシラン、ポリメチルフェニルシランなどのポリC₁₋₁₀アルキルC₆₋₂₀アリールシラン、ポリジフェニルシランなどのポリジC₆₋₂₀アリールシランなど）など〕などが例示できる。

【 0 0 3 0 】

これらのケイ素含有化合物のうち、オルガノシロキサン類、特にポリオルガノシロキサンが好ましい。これらのケイ素含有化合物は、単独で又は二種以上組み合わせ使用できる。

【 0 0 3 1 】

これらの耐火剤は、単独で又は二種以上組み合わせ使用できる。また、耐火剤は、他の慣用の難燃剤と併用することもできる。

【 0 0 3 2 】

耐火剤の割合は、炭素繊維 1 0 0 重量部に対して 0. 1 ~ 1 0 重量部（例えば、0. 3 ~ 1 0 重量部）、好ましくは 0. 3 ~ 5 重量部、さらに好ましくは 0. 5 ~ 3 重量部（特に 1 ~ 2 重量部）程度である。

【 0 0 3 3 】

バインダー樹脂に対する耐火剤の割合は、バインダー樹脂 1 0 0 重量部に対して 1 ~ 5 0 重量部、好ましくは 3 ~ 2 0 重量部、さらに好ましくは 5 ~ 1 0 重量部程度である。

【 0 0 3 4 】

〔炭素繊維フェルト及び断熱材〕

炭素繊維フェルトの嵩密度は、 $1 \sim 30 \text{ kg/m}^3$ で、好ましくは $3 \sim 25 \text{ kg/m}^3$ 、さらに好ましくは $5 \sim 25 \text{ kg/m}^3$ （特に $8 \sim 25 \text{ kg/m}^3$ ）程度である。耐火性の点からは、嵩密度は大きい方が好ましい。

【 0 0 3 5 】

炭素繊維フェルトの厚みは、用途によって選択すればよく、特に限定されないが、例えば、 $1 \sim 100 \text{ mm}$ 、好ましくは $5 \sim 50 \text{ mm}$ 、さらに好ましくは $10 \sim 30 \text{ mm}$ 程度である。

【 0 0 3 6 】

本発明の炭素繊維フェルトは、耐火剤の存在下で、炭素繊維集合体（例えば、炭素繊維ウェブ）をバインダー樹脂で接合して得られる。バインダー樹脂が熱硬化性樹脂の場合は、バインダー樹脂を炭素繊維集合体（例えば、炭素繊維ウェブ）に付着させた後、バインダー樹脂を硬化させて炭素繊維フェルトを得ることができる。耐火剤は、予め炭素繊維集合体に散布して用いてもよいが、簡便性の点から、通常、バインダー樹脂に含有させて用いる。

【 0 0 3 7 】

炭素繊維集合体（例えば、炭素繊維ウェブ）へのバインダー樹脂の付与方法は、バインダー樹脂溶液に含浸する方法に限らず、バインダー樹脂溶液をスプレーする方法、バインダー樹脂を直接塗布又は散布する方法等が挙げられる。

【 0 0 3 8 】

バインダー樹脂溶液において、バインダー樹脂と溶媒の割合（重量比）は、溶媒／バインダー樹脂 = $99/1 \sim 50/50$ 、好ましくは $95/5 \sim 55/45$ 、さらに好ましくは $90/10 \sim 60/40$ 程度である。

【 0 0 3 9 】

バインダー樹脂溶液に耐火剤を含有させる場合、バインダー樹脂と耐火剤との

割合（重量比）は、バインダー樹脂／耐火剤＝99／1～50／50、好ましくは97／3～80／20、さらに好ましくは95／5～90／10程度である。

【0040】

溶媒としては、バインダー樹脂の種類によって異なるが、慣用の溶媒を用いることができ、例えば、水、アルコール類（例えば、エタノール、イソプロパノール等）、ハロゲン化炭化水素類（例えば、塩化メチレンなど）、ケトン類（例えば、アセトン、メチルエチルケトン等）、エステル類（酢酸エチルなど）、エーテル類（例えば、ジエチルエーテル、テトラヒドロフラン等）、セロソルブ類（例えば、メチルセロソルブ、エチルセロソルブ等）、芳香族炭化水素類（トルエンなど）、脂肪族炭化水素類（ヘキサンなど）、脂環族炭化水素類（シクロヘキサンなど）等が例示できる。これらの溶媒は、単独で又は二種以上組み合わせて使用できる。

【0041】

バインダー樹脂が熱硬化性樹脂の場合、熱硬化性樹脂を熱硬化させるための温度は、熱硬化性樹脂の種類によって異なるが、通常、50～400℃、好ましくは70～300℃、さらに好ましくは100～300℃程度あり、硬化時間は、通常、1分間～24時間、さらに好ましくは1分間～10時間、さらに好ましくは3分間～1時間程度である。熱硬化性樹脂としてフェノール樹脂を用いる場合、例えば、150～300℃（特に180～270℃）程度の温度で、1～10分間（3～7分間）程度硬化させてもよい。

【0042】

炭素繊維フェルトは、積層してもよい。また、厚み方向に密度勾配を設けてもよい。

【0043】

なお、炭素繊維フェルトの高密度を高めるために、バインダー樹脂を付着させた炭素繊維ウェブをニードルパンチなどで機械的に圧縮してもよい。

【0044】

炭素繊維のフェルト化工程は、前記炭素繊維の製造工程と非連続的に行ってもよいし、連続的に行ってもよい。

【 0 0 4 5 】

なお、必要であれば、バインダー樹脂を焼成し、炭素化又は黒鉛化してもよい。

【 0 0 4 6 】

本発明の炭素繊維フェルトは、耐火剤を含有するため、耐火性を向上できるとともに、高温又は高熱に対する耐性が高い。また、機械的特性や耐久性が優れる。従って、この炭素繊維フェルト又はこのフェルトで形成された成形品は、断熱材、充填材、補強材、緩衝材等の各種材料に用いることができる。特に、200～500℃、特に300～400℃程度の高温でも物性の劣化が抑制されているので、各種断熱材、例えば、航空機、高速鉄道車両、宇宙船等の高速輸送機の断熱材や、抵抗炉、誘導電気炉、真空蒸着炉、半導体単結晶成長炉、セラミックス焼結炉、C/Cコンポジット焼成炉等の高温炉の断熱材などに適している。

【 0 0 4 7 】

【発明の効果】

本発明では、耐火剤を用いるので、炭素繊維フェルトの耐火性を向上できる。また、バインダー樹脂の特性を低下させることなく、炭素繊維フェルトの耐火性を向上できる。さらに、簡便かつ有効に炭素繊維フェルトの耐火性を改善することができる。

【 0 0 4 8 】

【実施例】

以下、実施例及び比較例を示し、本発明を詳細に説明するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。なお、用いた耐火剤を以下に示すとともに、耐火性の評価方法を以下に示す。

【 0 0 4 9 】

〔耐火剤〕

リン酸エステル：大八化学（株）製、CDP（クレジルジフェニルホスフェート）

ホウ酸：和光純薬（株）製、試薬特級

シリコン：信越化学（株）製、繊維処理剤、MF-33A。

【 0 0 5 0 】

〔耐火性〕

得られた断熱材をガスバーナー（熱量：63万kJ／時間、バーナーとフェルトとの間隔：150mm）を用いて、燃焼させて断熱材に孔が空くまでの時間を測定した。この時間が長いほど耐火性が高い。

【 0 0 5 1 】

実施例1～3及び比較例1

縮合多環式炭化水素を重合して得られた異方性ピッチを320℃で溶融紡糸した。次いで、この繊維を空気雰囲気中で300℃、30分間加熱して不融化处理した。さらに、750℃の不活性ガス雰囲気中で30分間加熱して炭化处理することによって、平均繊維径1.5μmの異方性炭素繊維が得られた。この炭素繊維に表1に示す耐火剤を含有するフェノール樹脂水溶液を用いて、嵩密度7.5kg/m³の炭素繊維フェルト（厚み25mm）を製造した。なお、炭素繊維100重量部に対して、耐火剤の割合は5重量部であり、フェノール樹脂の割合は20重量部である。耐火性を評価した結果を表1に示す。

【 0 0 5 2 】

【表1】

表1

	比較例1	実施例1	実施例2	実施例3
耐火剤	なし	リン酸 エステル	ホウ酸	シリコーン
耐火性(分)	6	8	7	8

【 0 0 5 3 】

実施例4～6及び比較例2

石炭タールから得られた等方性ピッチを300℃で溶融紡糸した。次いで、この繊維を空気雰囲気中で320℃、30分間加熱して不融化处理した。さらに、750℃の不活性ガス雰囲気中で30分間加熱して炭化处理することによって、平均繊維径1.5μmの等方性炭素繊維が得られた。この炭素繊維に表2に示す耐火剤を含有するフェノール樹脂水溶液を用いて、嵩密度7.5kg/m³の炭素繊維フェルト（厚み25mm）を製造した。なお、炭素繊維100重量部に対し

て、耐火剤の割合は5重量部であり、フェノール樹脂の割合は20重量部である。耐火性を評価した結果を表2に示す。

【0054】

【表2】

表2

	比較例2	実施例4	実施例5	実施例6
耐火剤	なし	リン酸 エステル	ホウ酸	シリコーン
耐火性(分)	2	3	2.5	3

【0055】

実施例7～9

縮合多環式炭化水素を重合して得られた異方性ピッチを320℃で溶融紡糸した。次いで、この繊維を空気雰囲気中で300℃、30分間加熱して不融化処理した。さらに、750℃の不活性ガス雰囲気中で30分間加熱して炭化处理することによって、平均繊維径1.5μmの異方性炭素繊維が得られた。この炭素繊維に表1に示す耐火剤を含有するフェノール樹脂水溶液を用いて、嵩密度7.5kg/m³の炭素繊維フェルト（厚み25mm）を製造した。なお、炭素繊維100重量部に対して、耐火剤の割合は2重量部であり、フェノール樹脂の割合は20重量部である。耐火性を評価した結果を表3に示す。

【0056】

【表3】

表3

	実施例7	実施例8	実施例9
耐火剤	リン酸 エステル	ホウ酸	シリコーン
耐火性(分)	7	6.5	7

【0057】

表の結果から明らかなように、実施例の断熱材では、耐火剤を含有するため、高い耐火性を示している。また、異方性ピッチ系炭素繊維を用いた断熱材の方が、等方性ピッチ系炭素繊維を用いた断熱材に比べて、耐火性が高い。これに対して、比較例の断熱材は、耐火剤を含有しないため、耐火性が充分でない。

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 耐火性の高い炭素繊維フェルト及び断熱材を提供する。

【解決手段】 炭素繊維集合体と、この集合体の炭素繊維を接合するためのバインダー樹脂とで構成されているフェルトにおいて、耐火剤を含有させて耐火性を向上させる。前記耐火剤は、リン含有化合物、ホウ素含有化合物、ケイ素含有化合物などで構成できる。前記耐火剤の割合は、炭素繊維 1 0 0 重量部に対して、0. 1 ～ 1 0 重量部（特に 0. 3 ～ 1 0 重量部）程度である。前記耐火剤は、バインダー樹脂に含有させてもよい。前記炭素繊維は、平均繊維径 0. 3 ～ 2 0 μ m（特に 0. 5 ～ 5 μ m）、平均繊維長 0. 5 ～ 2 0 mm（特に 1 ～ 1 5 mm）程度の炭素繊維で構成されていてもよい。前記炭素繊維は、ピッチ系炭素繊維で構成されていてもよい。前記バインダー樹脂が熱硬化性樹脂（例えば、フェノール系樹脂）で構成されていてもよい。

【選択図】 なし

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000000284]

1. 変更年月日 1990年 8月 8日

[変更理由] 新規登録

住 所 大阪府大阪市中央区平野町四丁目1番2号

氏 名 大阪瓦斯株式会社